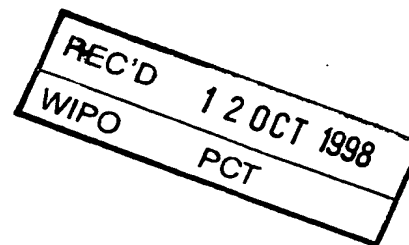


PCT/EP 97/485227
98/05030

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



Bescheinigung

Die Lignotex Entwicklungs- und Produktions GmbH in Augsburg/
Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Verfahren zum Herstellen einer Cellulosefaser aus
Hydratcellulose"

am 7. August 1997 beim Deutschen Patentamt eingereicht.

Die Anmeldung ist auf die Herren Dr. Achim Neumayr in
Villenbach/Deutschland und Herbert Hasl in Oberammergau/
Deutschland umgeschrieben worden.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue
Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patent-
anmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patentamt vorläufig die Sym-
bole D 01 F, C 08 B und D 03 D der Internationalen Patent-
klassifikation erhalten.

München, den 25. August 1998
Der Präsident des Deutschen Patentamts
Im Auftrag

Aktenzeichen: 197 34 239.6

Faust

GRÜNECKER, KINKELDEY, STOCKMAIR & SCHWANHÄUSSER
ANWALTSSOZietät

ANWALTSSOZietät MAXIMILIANSTRASSE 58 D-80538 MÜNCHEN GERMANY

RECHTSANWÄLTE

DR. HERMANN SCHWANHÄUSSER
DR. HELMUT EICHMANN
GERHARD BARTH
DR. ULRICH BLUMENRÖDER, LL.M.
CHRISTA NIKLAS-FALTER

PATENTANWÄLTE
EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

AUGUST GRÜNECKER
DR. HERMANN KINKELDEY
DR. WILFRIED STOCKMAIR (-1996)
DR. KLAUS SCHUMANN
PETER H. JAKOB
DR. GUNTER BEZOLD
WOLFHARD MEISTER
HANS HILGERS
DR. HENNING MEYER-PLATH
ANNELIE EHNOLD
THOMAS SCHUSTER
DR. WALTER LANGHOFF
DR. KLARA GOLDBACH
MARTIN AUFENANGER
GOTTFRIED KLITZSCH
DR. HEIKE VOGELANG-WENKE
REINHARD KNAUER
DIETMAR KUHLE
DR. FRANZ-JOSEF ZIMMER
BETTINA K. REICHELT
DR. ANTON K. PFAU

IHR ZEICHEN / YOUR REF.

UNSER ZEICHEN / OUR REF.

P 28 555-01957/co

DATUM / DATE

07.08.1997

Lignotex Entwicklungs- und Produktions GmbH
Frölichstr. 10 1/3
86150 Augsburg

Verfahren zum Herstellen einer Cellulosefaser aus Hydratcellulose

Verfahren zum Herstellen einer Cellulosefaser aus Hydratcellulose

Diese Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen einer Cellulosefaser aus Hydratcellulose, eine nach diesem Verfahren erhältliche Cellulosefaser, ein Gewebe, das diese Cellulosefaser enthält, und Verwendungen dieses Gewebes.

Saugfähige Fasermaterialien, die auch zu Reinigungszwecken verwendet werden können, sind bereits bekannt. Beispiele dafür sind vernetzte Carboxymethylcellulose, die nach dem in der CH-A-491140 beschriebenen Verfahren hergestellt werden kann, oder Viskosefasern, die hydrophile polymere Substanzen, wie Polyacrylsäure (BE-A-2324589), Poly-N-Vinylpyrrolidon oder Carboxymethylcellulose (DE-A-25 50 345), Alginsäure (DE-A-27 50 622) oder andere Copolymere (DE-A-27 50 900), enthalten. Diese Fasern haben neben einer hohen Saugfähigkeit auch ein hohes Wasserrückhaltevermögen. Die Herstellung dieser Fasern erfordert jedoch einen erheblichen verfahrenstechnischen Aufwand, und die Fasern enthalten teilweise biologisch nicht oder nur schwer abbaubare Substanzen, so daß eine natürliche Entsorgung (z.B. Kompostierung) der Fasern nach deren Verwendung nicht möglich ist.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zum Herstellen einer biologisch leicht abbaubaren Cellulosefaser aus Hydratcellulose mit einer extrem großen Oberfläche bereitzustellen. Eine andere Aufgabe der Erfindung ist es, ein Gewebe unter Verwendung dieser Faser bereitzustellen, das sich durch eine hohe Saugfähigkeit, ein hohes Flüssigkeitsrückhaltevermögen, ein hohes Fettlösungsvermögen sowie durch Partikel adsorbierende Eigenschaften auszeichnet, und das zum Reinigen und Dekontaminieren sowie zur Verringerung der Oberflächenspannung von Wasser verwendet werden kann.

Die zuvor genannten Aufgaben werden erfindungsgemäß durch die Bereitstellung eines Verfahrens zum Herstellen einer Cellulosefaser aus Hydratcellulose, das die folgenden Schritte umfaßt:

- a) das Behandeln von Zellstoff aus höchstens 1-jährigen Schößlingen von Laub- oder Nadelhölzern mit einer Alkalimetallhydroxidlösung, um eine Alkalicellulose zu erhalten,
- b) das Abpressen der überschüssigen Alkalimetallhydroxidlösung aus der erhaltenen Alkalicellulose,
- c) das Zerfasern der Alkalicellulose,
- d) das Vorreifen der zerfaserten Alkalicellulose bis zu einer Reife von 5° bis 30° Hottenroth,
- e) das Behandeln der vorgereiften Alkalicellulose nach dem Naßsulfidverfahren, um die Cellulose zu xanthogenieren,
- f) das Spülen und Verdünnen der xanthogenierten Cellulose mit Wasser, um eine Spinnlösung herzustellen,
- g) das Nachreifen der gespülten und verdünnten Cellulose bis zu einer Reife von 5° bis 30° Hottenroth,
- h) das Filtrieren und anschließende Entlüften der Spinnlösung,
- i) das Einpressen der Spinnlösung in ein Fällbad unter Verwendung von Spinndüsen,
- j) das Abziehen der koagulierenden Fasern unter gleichzeitigem Verdrillen der Fasern, um eine verdrillte Faser herzustellen,
- k) das Entwässern der verdrillten Faser,
- l) das Entschwefeln der verdrillten Faser,
- m) das Waschen der verdrillten Faser mit Wasser,

n) das Vorentwässern der verdrehten Faser und

o) das Trocknen der verdrehten Faser,

und durch ein Gewebe, umfassend ein Grundgewebe und einen darin eingewebenen Flor, der diese Faser enthält, gelöst.

Die Figuren 1 bis 6 zeigen die Mikrostruktur von erfindungsgemäßen Fasern.

Die Figuren 7 bis 15 zeigen die Makrostruktur von erfindungsgemäßen Fasern.

Die Figur 16 zeigt ein Beispiel für das erfindungsgemäße Gewebe.

Die Figuren 17 bis 20 zeigen elektronenmikroskopische Aufnahmen von Bakterien, die an die Lamellen der erfindungsgemäßen Faser adsorbiert sind.

Die Figur 21 zeigt eine Vorrichtung zur Gewinnung von Wasser mit verringerter Oberflächenspannung.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht die Herstellung einer biologisch leicht abbaubaren Cellulosefaser aus Hydratcellulose $(C_6H_{10}O_5)_n$, deren Mikrostruktur faserparallele Lamellen mit einem Lamellenabstand von bevorzugt 1 bis 20 nm aufweist, und die doppelt lichtbrechend ist. Infolge dieser Mikrostruktur besitzt die Faser eine extrem große Oberfläche. Die Mikrostruktur sowie die Makrostruktur der erfindungsgemäßen Fasern wurden mit den im folgenden beschriebenen Verfahren bestimmt.

Die Mikrostruktur von verschiedenen erfindungsgemäßen Fasern, die in den durchgeführten Untersuchungen mit L1, L2 und S2 bezeichnet wurden, ist in den Figuren 1 bis 6 gezeigt. Bei diesen Untersuchungen wurden die Fasern als gesamte Fasern hinsichtlich der Oberflächenstruktur im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Die Makrostruktur der Fasern, die in den Figuren 7 bis 15 gezeigt ist, wurde im Mikrotomschnitt untersucht. Zur Erstellung der Mikrotomschnitte wurden die Fasern in PMMA eingebettet, geschnitten und danach wieder aus dem Einbettmittel herausgelöst. Die Temperaturbelastung der Fasern wurde dabei so gering wie möglich gehalten.

Die Figuren 1 bis 6 zeigen die Mikrostrukturen, die in der Aufsicht erhalten wurden. Alle erfindungsgemäßen Fasern besitzen eine faserparallele Lamellenstruktur. Aus diesen Figuren können jedoch keine Hinweise auf die Querschnittsstruktur (Makrostruktur) gewonnen werden. Erst die Mikrotomschnitte zeigen die Querschnittsstrukturen, die in den Figuren 7 bis 15 dargestellt sind. Die Faser L1 wurde unter Verwendung einer ovalen Spinndüse hergestellt, während die Fasern L2 und S2 unter Verwendung einer langgestreckt-schlitzförmigen Spinndüse hergestellt wurden. Die qualitativen Ergebnisse der Untersuchungen sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

| Fasertyp | L1 | L2 | S2 |
|--|----------------------------|----------------------|--|
| Querschnittsform (Makrostruktur) | globular, stark zerklüftet | lamellar, zerklüftet | lamellar, zerklüftet |
| Spez. Oberfläche (qualitativ) | sehr groß | mittelgroß | groß |
| Lage der Oberflächenstruktur (Einschnitte) | allseitig | allseitig | überwiegend einseitig, und zwar innen nach dem Einrollen |
| Faserbreite max [µm] | ca. 35 | ca. 80 | ca. 200 |
| Einrolleffekt nach dem Schneiden (Hinweis auf Eigenspannungen) | nicht feststellbar | gering | hoch |

Zum Herstellen der erfindungsgemäßen Faser wird ein Zellstoff aus höchstens 1-jährigen Schößlingen von Laub- oder Nadelhölzern verwendet. Aus solch einem Ausgangsmaterial läßt sich Lignin besonders leicht entfernen. Bevorzugt wird Zellstoff aus höchstens 1-jährigen Schößlingen von Rubiniengeholz, Teakholz, Bongassiholz oder Bambus verwendet. Der Ligningehalt der verwendeten höchstens 1-jährigen Schößlinge sollte so gering wie möglich sein, bevorzugt beträgt er nicht mehr als 7%. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung beträgt der Ligningehalt des Ausgangsmaterials nicht mehr als 5%, besonders bevorzugt beträgt er nicht mehr als 2%.

Dieser Zellstoff wird mit einer Alkalimetallhydroxidlösung behandelt, vorzugsweise bei einer Temperatur im Bereich von 15 bis 25°C, um eine Alkalicellulose herzustellen. Es ist bevorzugt, daß eine Natronlauge mit einem Gehalt an Natriumhydroxid im Bereich von 150 bis 350 g/l als Alkalimetallhydroxidlösung verwendet wird. Ein Gehalt an Natriumhydroxid von etwa 300 g/l ist besonders bevorzugt.

Aus der erhaltenen Alkalicellulose wird dann die überschüssige Alkalimetallhydroxidlösung abgepreßt, z.B. unter Verwendung einer Tauchpresse.

Danach wird die Alkalicellulose zerfasert, wobei das Zerfasern einen Grobzerkleinerungsschritt (z.B. in einem Vorzerreißer) und einen Feinzerkleinerungsschritt (z.B. in einer Scheibenmühle) umfassen kann.

Die zerfaserte Alkalicellulose wird dann z.B. einer Reifetrommel zugeführt und bis zu einer Reife von 5° bis 30° Hottenroth, bevorzugt bis zu einer Reife von 8° bis 12° Hottenroth und besonders bevorzugt bis zu einer Reife von etwa 10° Hottenroth vorgereift. Die Temperatur beim Vorreifen beträgt bevorzugt 60 bis 80°C, besonders bevorzugt 65 bis 75°C und ganz besonders bevorzugt etwa 72°C. Anschließend kann der Vorreifeprozess durch Senkung der Temperatur auf 40 bis 50°C, bevorzugt auf etwa 45°C, abgebremst werden.

Die vorgereifte Alkalicellulose wird dann entsprechend dem gewöhnlichen Naßsulfidverfahren weiterverarbeitet, um die Cellulose zu xanthogenieren. Das Naßsulfidverfahren wird bevorzugt in einer Lösung mit Schwefelkohlenstoff, Natriumhydroxid und Berol durchgeführt. Dabei beträgt der Gehalt an Schwefelkohlenstoff bevorzugt 150 bis 250 g/l, besonders bevorzugt 180 bis 210 g/l, der Gehalt an Natriumhydroxid beträgt bevorzugt 250 bis 350 g/l, besonders bevorzugt 280 bis 320 g/l, und der Gehalt an Berol beträgt bevorzugt 100 bis 200 g/l, besonders bevorzugt etwa 150 g/l.

Nach dem Xanthogenieren erfolgt das Spülen und Verdünnen der xanthogenierten Cellulose mit Wasser, um eine Spinnlösung herzustellen. Danach wird die Cellulose bis zu einer Reife von 5° bis 30° Hottenroth, bevorzugt bis zu einer Reife von 8° bis 12° Hottenroth, nachgereift. Der beim Vorreifen erreichte Reifegrad wird durch die Xanthogenierung der Cellulose und das Spülen und Verdünnen der xanthogenierten Cellulose zunächst wieder vermindert, so daß eine Nachreifung erst wieder den gewünschten Reifegrad erbringt. In der Praxis kann es sich als schwierig erweisen, den Reifegrad exakt zu steuern. In diesem Fall können zwei oder mehrere Chargen von Spinnlösungen miteinander vermischt werden, um den gewünschten Reifegrad einzustellen.

Das nachträgliche Filtrieren der Spinnlösung erfolgt z.B. unter Verwendung von Filterpressen. Dann wird die Spinnlösung entlüftet.

Die entlüftete Spinnlösung wird unter Verwendung von Spinndüsen in ein Fällbad bei einer Temperatur von bevorzugt 35 bis 45°C, besonders bevorzugt bei einer Temperatur von etwa 40°C, eingebracht. Ein geeignetes Fällbad enthält 70 bis 160 g/l, bevorzugt 90 bis 140 g/l und besonders bevorzugt etwa 120 g/l Schwefelsäure, 0,3 bis 4 g/l, bevorzugt 0,5 bis 2 g/l und besonders bevorzugt etwa 1 g/l Zinksulfat, sowie 0,05 bis 1 g/l, bevorzugt 0,1 bis 0,7 g/l und besonders bevorzugt etwa 0,4 g/l Berol. Die verwendeten Spinndüsen, die oval bis langgestreckt schlitzförmig sein können, werden durch Beheizen auf einer Temperatur im Bereich von bevorzugt 55 bis 75°C, besonders auf einer Temperatur im Bereich von 65 bis 70°C und ganz besonders bevorzugt auf einer Temperatur von etwa 67°C gehalten.

Die koagulierenden Fasern werden unter gleichzeitigem Verdrillen der Fasern abgezogen, um eine verdrillte Faser herzustellen, die nachfolgend entwässert wird. Zum Entwässern kann z.B. eine Schwefelsäurelösung verwendet werden, die bevorzugt bis zu 15 g/l und besonders bevorzugt bis zu 10 g/l Schwefelsäure enthält.

Die Entschwefelung der verdrillten Faser wird üblicherweise in einer Natriumsulfatlösung durchgeführt, die bevorzugt 2 bis 5 g/l und besonders bevorzugt etwa 3 g/l Natriumsulfat enthält. Andere Entschwefelungsverfahren sind ebenfalls möglich. Danach wird die Faser mit Wasser gewaschen.

Nach dem Waschen der Faser kann die Faser weiterhin präpariert werden, um z.B. die optischen Eigenschaften der Faser zu modifizieren. Das Präparieren kann z.B. mit Titandioxid durchgeführt werden, um der Faser ein mattes Aussehen zu verleihen.

Dann wird die Faser vorentwässert und getrocknet. Dabei sollte die Faser so wenig wie möglich mechanisch belastet werden, um die Lamellenstruktur der Faser nicht zu zerstören. Das Vorentwässern kann z.B. unter Verwendung von Druckluft, und das Trocknen z.B. unter Verwendung von Kanaltrocknern erfolgen, obwohl für diesen Zweck auch andere geeignete Verfahren und Vorrichtungen verwendet werden können, die dem Fachmann bekannt sind.

Mit dem erfindungsgemäßen Herstellungsverfahren wird eine Faser erhalten, die im wesentlichen kein Lignin mehr enthält und die weitgehend frei von Schwefelsäure und Schwefelkohlenstoff ist. Diese Faser besitzt infolge ihrer lamellenförmigen Mikrostruktur eine extrem große Oberfläche. Eine solch große Oberfläche kann bei üblichen Fasern, die aus Sulfit-Zellstoff hergestellt werden, nicht erreicht werden, da das Sulfit-Verfahren zu einer Zerstörung der Lamellenstruktur führt.

Die auf diese Weise erhaltene Faser hat bevorzugt einen Titer von 330 dtex oder mehr.

Die wie zuvor beschrieben erhaltene Faser kann zum Herstellen eines Gewebes verwendet werden, das sich durch eine hohe Saugfähigkeit, ein hohes Flüssigkeitsrückhaltevermögen, ein hohes Fettlösungsvermögen und durch Partikel adsorbierende Eigenschaften auszeichnet.

Das erfindungsgemäße Gewebe umfaßt ein Grundgewebe und einen darin eingewebenen Flor, der die Faser enthält, die entsprechend dem zuvor beschriebenen Verfahren hergestellt wurde.

Das Grundgewebe besitzt bevorzugt eine gitterförmige Struktur. Das Grundgewebe und der Flor können, müssen aber nicht aus der gleichen Faserart bestehen. Haltbarkeitskriterien können z.B. stärkere Grundgewebefasern erfordern. Es ist bevorzugt, daß das Grundgewebe Viskose-Spinnfasern enthält; besonders bevorzugt besteht das Grundgewebe aus solchen Fasern.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung bildet der Flor einen Faserrasen von etwa 0,5 cm Länge zum Grundgewebe. Es ist bevorzugt, daß der Flor ovale Fasern, bändchenförmige Fasern oder eine Mischung dieser Fasern umfaßt. Ein Gewebe, dessen Flor viele ovale Fasern, aber nur wenig bändchenförmige Fasern umfaßt, besitzt insbesondere fettadsorbierende Eigenschaften. Ein Gewebe, dessen Flor wenig ovale Fasern, aber viele bändchenförmige Fasern umfaßt, eignet sich insbesondere zur Verringerung der Oberflächenspannung von Wasser.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung besteht der Flor aus 50% ovalen und 50% bändchenförmigen Fasern. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform

rungsform besteht der Flor aus je 50% Fasern der Dimension 330 dtex F 60 oval und 330 dtex F 80 bändchenförmig. Ein solches Gewebe ist in Figur 16 gezeigt.

Das erfindungsgemäße Gewebe kann zum Reinigen und Dekontaminieren verwendet werden. Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß mit dem erfindungsgemäßen Gewebe auch die Oberflächenspannung von Wasser verringert werden kann.

Die biophysikalischen Eigenschaften des erfindungsgemäßen Gewebes werden einerseits durch die lamellenförmige Mikrostruktur der Fasern und andererseits durch die Anordnung der Fasern an der Oberfläche des Gewebes hervorgerufen.

Im folgenden wird zuerst die Verwendung des erfindungsgemäßen Gewebes zum Reinigen und Dekontaminieren beschrieben. Diese Verwendung ermöglicht die Reinigung von organischen Oberflächen (wie z.B. der Haut) oder anorganischen Oberflächen (wie z.B. Gegenständen, Fußböden und Fenstern) sowie das Entfernen von Bakterien von diesen Oberflächen ohne Einsatz von Desinfektionsmitteln, so daß die zu reinigenden Oberflächen nicht chemisch oder thermisch belastet werden. Bei der Dekontamination werden, im Vergleich mit der Dekontamination mit Desinfektionsmitteln, gleiche oder bessere keimverhindernde Effekte erzielt, ohne daß Selektionsprozesse durch chemische Resistenzen auftreten.

Das erfindungsgemäße Gewebe wird mit Wasser benetzt, so daß es eine gewisse Restfeuchte (z.B. etwa 20%) aufweist. Bei diesem Restfeuchtegehalt kann dann die zu dekontaminierende Oberfläche mechanisch dekontaminiert werden, wobei die Eigenschaft des Gewebes, die Oberflächenspannung von Wasser herabzusetzen, zu einer verbesserten Lipidlöslichkeit führt. Mit einem Gewebe mit einer Fläche von etwa 600 cm² kann z.B. eine hochkontaminierte Fläche von 1 m² optimal gereinigt werden. Danach erfolgt die Dekontamination des Gewebes unter Wasserüberschuß und mechanischer Bewegung im Wasser. Durch diese Reinigung unter Wasserüberschuß tritt eine völlige Dekontamination des Gewebes unter Abgabe aller Partikel an das Aufnahmewasser auf. Das Gewebe selbst bleibt dabei biologisch und chemisch völlig inert. Eine Kontaminationssättigung des Reinigungswassers ist bei etwa 30 m² Reinigungsfläche für 10 l Wasser erreicht, jedoch abhängig vom Kontaminationsgrad der Fläche. Der bei etwa 20% Restfeuchte bestehende Adsorptionseffekt des Gewebes bleibt für jede Reinigung auf-

rechterhalten, solange keine unzulässigen chemischen, mechanischen oder thermischen Belastungen die Faserstruktur zerstören. Der optimale Verwendungsbereich des Gewebes liegt zwischen 5 und 30°C. Der Adsorptionseffekt wird bei Temperaturen von über 60°C zerstört. Der intensive Kontakt (Tränkung) mit Reinigungsmitteln führt zu einer Zerstörung der Funktion des Gewebes durch Schädigung der Oberflächenstruktur. Der Kontakt mit 0,1 normalen Säuren oder Laugen sowie mit alkoholischen Lösungen ist unproblematisch.

Die Figuren 17 bis 20 zeigen elektronenmikroskopische Aufnahmen (2000-, 5000-, 20000- und 50000-fache Vergrößerung) von Bakterien (hier Staphylokokken), die an die Lamellen der erfindungsgemäßen Faser adsorbiert sind.

Das erfindungsgemäße Gewebe kann ebenfalls verwendet werden, um die Oberflächenspannung von Wasser, ohne Verwendung von Chemikalien, um z.B. 20% oder mehr zu verringern. Solch ein Wasser mit verringerter Oberflächenspannung kann bei Extraktions- und Syntheseprozessen sowie bei Fermentationsvorgängen eingesetzt werden, wie z.B. bei Brauvorgängen.

Zur Verringerung der Oberflächenspannung wird das Wasser mit dem erfindungsgemäßen Gewebe in Kontakt gebracht. Die Verringerung der Oberflächenspannung tritt nach kurzer Zeit ein, ist weitgehend unabhängig von der Temperatur des Wassers und hält etwa zwei Stunden lang an.

Figur 21 zeigt eine Vorrichtung zur Gewinnung von Wasser mit verringerter Oberflächenspannung. Die Vorrichtung umfaßt z.B. einen mit Wasser gefüllten Behälter, der mit einem Überlauf und einem Ablauf versehen ist. Es können mehrere erfindungsgemäße Gewebe gleichzeitig in den Behälter eingebracht werden.

Die folgenden Beispiele und die Figuren erläutern die Erfindung.

Beispiel 1: Gewebe zum Reinigen kontaminierter Oberflächen

Versuchsaufbau

1.1 Geprüfte Bakterienstämme

- E. coli
- Staphylokokkus aureus
- Streptokokkus pyogenes
- Enterokokken (S. fäkalis)
- Streptokokkus bovis
- Pseudomonas pyocyanea

1.2. Kultivierung

Inkubation in Nährbouillon oder Lackmusmilch (ein Gemisch aus Lackmus und Milch) bzw. Nähragar bei etwa 25° bis 30°, bis Keimzahl $> 10^6$ Keime/ml. Die Anzahl der Keime wurde bestimmt (entspricht der primären Keimmenge = 100%).

1.3 Versuchsablauf

Das Gewebe wurde etwa 15 Minuten lang in das zuvor beschriebene Medium mit einer Keimkonzentration $> 10^6$ Keime/ml eingebracht. Dann wurde das Gewebe 1 bis 3 Minuten lang in 10 bis 20°C kaltes Wasser eingelegt (keine Spülung). Danach wurde das Gewebe aus dem Wasser genommen und in eine keimfreie Nährlösung eingebracht, die dann inkubiert und bebrütet wurde. Nach 24 bis 72 Stunden wurde die Keimkonzentration in der Nährlösung bestimmt. Die ermittelten Werte wurden auf die primäre Keimmenge bezogen, wobei die folgenden Ergebnisse erhalten wurden:

| | |
|-------------------|-----|
| - E. coli | 15% |
| - Staph. aureus | 18% |
| - Strep. pyogenes | 5% |
| - Enterokokken | 7% |

| | |
|-------------------|-----|
| - Strept. bovis | 17% |
| - Pseud. pyogenes | 6% |

Die gemessenen Keimdichten/Konzentrationen nach erneuter Inkubation zeigen bei allen Keimspezies hochsignifikant erniedrigte Werte.

Beispiel 2: Keimreduzierende Eigenschaften des erfindungsgemäßen Gewebes bei der Reinigung von Eutern von Milchkühen

Die Untersuchungen wurden in 3 Milcherzeugungsbetrieben bei je 5 Kühen insgesamt während 10 Melkzeiten durchgeführt. Die eine Euterhälfte wurde mit dem im Betrieb üblichen Reinigungstuch mit desinfektionsmittelgetränktem Wasser gereinigt, die andere Hälfte des Euters mit dem erfindungsgemäßen Gewebe. Die Euterhälften wurden bei jeder Melkzeit gewechselt. Nach der Reinigung wurde das erfindungsgemäße Gewebe in Wasser ohne Reinigungs- und Desinfektionsmittel gelegt. Die Tücher der Vergleichsgruppe wurden ebenfalls in Wasser gelegt, wobei dem Wasser in einem Betrieb zusätzlich noch ein Desinfektionsmittel zugesetzt worden war. Von dem erfindungsgemäßen Gewebe und dem Vergleichstuch wurden vor und nach der Euterreinigung auf Ass. Agar (Antibiotika-Sulfonamid-Sensibilitäts-Agar) eine Abklatschkultur gemacht und bei 38 bis 40°C 18 Stunden lang gebrütet.

Ergebnisse:

Bei der Keimdifferenzierung mittels Selektivnährböden wurden in erster Linie folgende Keime gefunden:

- E. coli
- Streptokokken
- Staphylokokken
- Enterokokken

Setzt man die primäre Bakterienmenge gleich 100%, ergaben sich folgende Werte:

| | Erfindungsgemäßes Gewebe | Betriebseigenes Reinigungstuch | |
|----------------|--------------------------|--------------------------------|------------------|
| | | ohne Desinfektion | mit Desinfektion |
| E. coli | 10% | 92% | 35% |
| Streptokokken | 3% | 87% | 25% |
| Staphylokokken | 2% | 78% | 20% |
| Enterokokken | 9% | 83% | 41% |

Die statistische Auswertung der Ergebnisse zeigt eindeutig die hohe keimverhindernde Eigenschaft des erfindungsgemäßen Gewebes. Dadurch wird die Gefahr der Übertragung von Krankheitserregern von einer Kuh auf die andere beim Melken deutlich reduziert.

Beispiel 3: Herstellung von Wasser mit reduzierter Oberflächenspannung

Für die Demonstration der Herstellung von Wasser mit reduzierter Oberflächenspannung kann vorzugsweise Trinkwasser mit einem Härtegrad von 5 bis 25 mit beliebigen Ionengemischen verwendet werden; das Verfahren ist in einem Temperaturbereich von bevorzugt 5 bis 30°C, optimalerweise zwischen 15 und 25°C durchführbar und führt zu Wasser mit z.B. mindestens 20% reduzierter Oberflächenspannung. Es ist bevorzugt, ein Gefäß mit völlig homogener Oberfläche, z.B. aus Glas, Metall, Emaille oder Keramik, zu verwenden, in dem das Wasser in Kontakt mit dem erfindungsgemäßen Gewebe kommen kann.

Die erfindungsgemäße Faser sollte bevorzugt in ein Gewebe mit einem Faserrasen von 0,5 cm Länge gewoben werden. Unter diesen Voraussetzungen ist bei entsprechender gleichmäßiger Verteilung des Gewebes im Wasser für eine Menge von 0,16 m³ Wasser eine Fläche von 1 m² Gewebe mit beidseitigem Faserrasen für eine Inkubationsdauer von 5 bis 10 Sekunden erforderlich. Der verwendete Wasserbehälter kann jede beliebige Form besitzen. Es ist möglich, das Gewebe in einem Becken fest zu installieren oder bei Bedarf durch eine entsprechende Mechanik in ein Becken einzutauchen. Der Zustand der reduzierten Oberflächenspannung bleibt nach dem Entfernen des Gewebes aus dem Behälter bzw. Entfernen des Wassers aus dem Behälter bei einer Temperatur bis zu 40°C für die Dauer von mindestens 60 Minuten in vollem Umfang aufrechterhalten, nach 120 Minuten tritt ein langsamer Wiederanstieg der Oberflächenspannung auf normale Werte (72 bis 78 mN/m) ein. In diesem Zeitraum ist es möglich, das erzeugte Wasser mit

oder auch ohne Faserkontakt in Synthese-, Extraktions- oder Fermentationsprozesse einzubringen. Dabei ist es z.B. auch möglich, zur Verbesserung und Beschleunigung von Fermentationsprozessen beim Brauen das Wasser in alle Fermentationsstufen, auch bei Temperaturen über 40°C, einzubringen.

Ebenso ist es auch möglich, nach Abkühlen der Maische vor Zusetzen der Hefe im Tauchverfahren die Oberflächenspannung entsprechend herabzusetzen, um ein verbessertes Brauergebnis zu erzielen.

Die folgenden Tabellen 1 und 2 zeigen Ergebnisse von durchgeführten Untersuchungen. Die Gewebe wurden vor den Untersuchungen jeweils ein- oder zweimal mit Wasser gespült, um eventuelle Verunreinigungen aus dem Herstellungsprozeß zu entfernen.

Tabelle 1: Meßergebnisse bei verschiedenen Gefäßen

| Messung Nr. | Gefäß | Menge | Temperatur | Sonstiges | Wartezeit | Oberflächenspannung vor Behandlung | Oberflächenspannung nach Behandlung |
|----------------|------------|-------|------------|--------------------------------|-----------|---------------------------------------|--|
| [-] | [-] | [l] | [°C] | [-] | [min] | [mN/m] | [mN/m] |
| 1 | Glas | 4 | 17 | Bidest. Wasser | 0 | 71,9/71,9 | - |
| 2 | Glas | 4 | 17 | Trinkwasser (TW) | 0 | 71,7/71,6 | - |
| 3 | Glas | 4 | 16 | TW + einfach gespültes Gewebe | 0 | 71,6 | 52,4 |
| 4 | Glas | 4 | 15 | TW + zweifach gespültes Gewebe | 0 | 72,2 | 52,5 |
| 5 | Kunststoff | 10 | 14 | TW + zweifach gespültes Gewebe | 0 | - | 65,4 |
| 6 | Glas | 4 | 13 | TW + zweifach gespültes Gewebe | 0 | - | 58,8 |
| 7 | Kunststoff | 4 | 14 | TW + zweifach gespültes Gewebe | 0 | 72,6 | 62,2 |
| 8 | Kunststoff | 10 | 14 | TW + zweifach gespültes Gewebe | 0 | 71,1 | 60,7 |

Tabelle 2: Meßergebnisse bei verschiedenen Temperaturen

| | | | | | | | |
|---|------|---|----|-------------|---|------|------|
| 1 | Glas | 4 | 15 | TW + Gewebe | 0 | 69,7 | 59,9 |
| 2 | Glas | 4 | 20 | TW + Gewebe | 0 | 68,7 | 48,0 |
| 3 | Glas | 4 | 25 | TW + Gewebe | 0 | 66,4 | 46,5 |
| 4 | Glas | 4 | 30 | TW + Gewebe | 0 | 65,5 | 46,5 |
| 5 | Glas | 4 | 35 | TW + Gewebe | 0 | 64,4 | 46,4 |

Wie in den Beispielen gezeigt wurde, können Bakterien von kontaminierten Oberflächen (Euterhaut) unter Verwendung des erfindungsgemäßen Gewebes einfach und in hohem Maße, d.h. effektiv entfernt werden. Diese Bakterien können nachfolgend durch einfaches Einlegen des Gewebes in Wasser weitestgehend aus dem Gewebe entfernt werden.

Weiterhin kann die Oberflächenspannung von Wasser unter Verwendung des erfindungsgemäßen Gewebes deutlich verringert werden, so daß das Wasser nachfolgend für Synthese-, Extraktions- und Fermentationsprozesse verwendet werden kann.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen einer Cellulosefaser aus Hydratcellulose, das die folgenden Schritte umfaßt:
 - a) das Behandeln von Zellstoff aus höchstens 1-jährigen Schößlingen von Laub- oder Nadelhölzern mit einer Alkalimetallhydroxidlösung, um eine Alkalicellulose zu erhalten,
 - b) das Abpressen der überschüssigen Alkalimetallhydroxidlösung aus der erhaltenen Alkalicellulose,
 - c) das Zerfasern der Alkalicellulose,
 - d) das Vorreifen der zerfaserten Alkalicellulose bis zu einer Reife von 5° bis 30° Hottenroth,
 - e) das Behandeln der vorgereiften Alkalicellulose nach dem Naßsulfidverfahren, um die Cellulose zu xanthogenieren,
 - f) das Spülen und Verdünnen der xanthogenierten Cellulose mit Wasser, um eine Spinnlösung herzustellen,
 - g) das Nachreifen der gespülten und verdünnten Cellulose bis zu einer Reife von 5° bis 30° Hottenroth,
 - h) das Filtrieren und anschließende Entlüften der Spinnlösung,
 - i) das Einpressen der Spinnlösung in ein Fällbad unter Verwendung von Spinndüsen,

- j) das Abziehen der koagulierenden Fasern unter gleichzeitigem Verdrillen der Fasern, um eine verdrillte Faser herzustellen,
 - k) das Entwässern der verdrillten Faser,
 - l) das Entschwefeln der verdrillten Faser,
 - m) das Waschen der verdrillten Faser mit Wasser,
 - n) das Vorentwässern der verdrillten Faser und
 - o) das Trocknen der verdrillten Faser.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Zellstoff aus höchstens 1-jährigen Schößlingen von Rubiniengeholz, Teakholz, Bongassiholz und Bambus ausgewählt ist.
 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Ligningehalt der höchstens 1-jährigen Schößlinge nicht mehr als 7%, bevorzugt nicht mehr als 5% und besonders bevorzugt nicht mehr als 2% beträgt.
 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Behandlung des Zellstoffes in Schritt a) verwendete Alkalimetallhydroxidlösung eine Natronlauge mit einem Gehalt an Natriumhydroxid im Bereich von 150 bis 350 g/l ist.
 5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Natronlauge etwa 300 g/l Natriumhydroxid enthält.
 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung des Zellstoffes in Schritt a) bei einer Temperatur im Bereich von 15°C bis 25°C durchgeführt wird.
 7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Zerfasern der Alkalicellulose in Schritt c) einen Grobzerkleinerungsschritt und einen Feinzerkleinerungsschritt umfaßt.

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zerfaserte Alkalicellulose in Schritt d) bei einer Temperatur im Bereich von 60°C bis 80°C vorgereift wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die zerfaserte Alkalicellulose bei einer Temperatur im Bereich von 65°C bis 75°C vorgereift wird.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die zerfaserte Alkalicellulose bei einer Temperatur von etwa 72°C vorgereift wird.
11. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zerfaserte Alkalicellulose in Schritt d) bis zu einer Reife von 8° bis 12° Hottenroth vorgereift wird.
12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die zerfaserte Alkalicellulose bis zu einer Reife von etwa 10° Hottenroth vorgereift wird.
13. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Naßsulfidverfahren in Schritt e) in einer Lösung mit Schwefelkohlenstoff, Natronlauge und Berol durchgeführt wird.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Schwefelkohlenstoff 150 bis 250 g/l und der Gehalt an Natriumhydroxid 250 bis 350 g/l beträgt.
15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Schwefelkohlenstoff 180 bis 210 g/l und der Gehalt an Natriumhydroxid 280 bis 320 g/l beträgt.
16. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Nachreifen der Cellulose in Schritt g) bis zu einer Reife von 8° bis 12° Hottenroth durchgeführt wird.
17. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnlösung nach dem Nachreifen der Cellulose und vor dem Filtrieren der Spinnlösung

mit mindestens einer weiteren Spinnlösung vermischt wird, die mit einem Verfahren hergestellt wurde, das die Schritte a) bis g) gemäß Anspruch 1 umfaßt.

18. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des Fällbades in Schritt i) 35°C bis 45°C beträgt.
19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des Fällbades etwa 40°C beträgt.
20. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Fällbad in Schritt i) 70 bis 160 g/l, bevorzugt 90 bis 140 g/l und besonders bevorzugt etwa 120 g/l Schwefelsäure enthält.
21. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Fällbad in Schritt i) 0,3 bis 4 g/l, bevorzugt 0,5 bis 2 g/l und besonders bevorzugt etwa 1 g/l Zinksulfat enthält.
22. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Fällbad in Schritt i) 0,05 bis 1 g/l, bevorzugt 0,1 bis 0,7 g/l und besonders bevorzugt etwa 0,4 g/l Berol enthält.
23. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinndüsen in Schritt i) durch Beheizen auf einer Temperatur im Bereich von 55°C bis 75°C gehalten werden.
24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinndüsen auf einer Temperatur von 65°C bis 70°C, bevorzugt etwa 67°C gehalten werden.
25. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinndüsen in Schritt i) oval bis langgestreckt schlitzförmig sind.
26. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Entwässern der Faser in Schritt k) mit einer Schwefelsäurelösung durchgeführt wird, die bis zu 15 g/l Schwefelsäure enthält.

27. Verfahren nach Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, daß die zum Entwässern der Faser verwendete Schwefelsäurelösung bis zu 10 g/l Schwefelsäure enthält.
28. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Entschwefeln der Faser in Schritt l) mit einer Natriumsulfatlösung durchgeführt wird, die 2 bis 5 g/l Natriumsulfat enthält.
29. Verfahren nach Anspruch 28, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Entschwefelung der Faser verwendete Lösung etwa 3 g/l Natriumsulfat enthält.
30. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die verdrehte Faser nach dem Waschen mit Wasser und vor dem Vorentwässern mit Titandioxid präpariert wird.
31. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Vorentwässern der Faser in Schritt n) mit Druckluft durchgeführt wird.
32. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Trocknen der Faser in Schritt o) unter Verwendung von Kanaltrocknern durchgeführt wird.
33. Cellulosefaser, erhältlich mit einem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 32.
34. Gewebe, umfassend ein Grundgewebe und einen darin eingewobenen Flor, der die Faser nach Anspruch 33 enthält.
35. Gewebe nach Anspruch 34, dadurch gekennzeichnet, daß das Grundgewebe eine Gitterstruktur besitzt.
36. Gewebe nach Anspruch 34, dadurch gekennzeichnet, daß der Flor einen Faserstrahlen von etwa 0,5 cm Länge zum Grundgewebe bildet.
37. Gewebe nach Anspruch 34, dadurch gekennzeichnet, daß das Grundgewebe Viskose-Spinnfasern enthält.

38. Gewebe nach Anspruch 37, dadurch gekennzeichnet, daß das Grundgewebe aus Viskose-Spinnfasern besteht.
39. Gewebe nach Anspruch 34, dadurch gekennzeichnet, daß der Flor ovale und bändchenförmige Fasern umfaßt.
40. Gewebe nach Anspruch 39, dadurch gekennzeichnet, daß der Flor aus 50% ovalen und 50% bändchenförmigen Fasern besteht.
41. Gewebe nach Anspruch 40, dadurch gekennzeichnet, daß der Flor aus je 50% Fasern der Dimension 330 dtex F 60 oval und 330 dtex F 80 bändchenförmig besteht.
42. Verwendung des Gewebes nach einem der Ansprüche 34 bis 41 zum Reinigen und Dekontaminieren.
43. Verwendung des Gewebes nach einem der Ansprüche 34 bis 41 zum Verringern der Oberflächenspannung von Wasser.

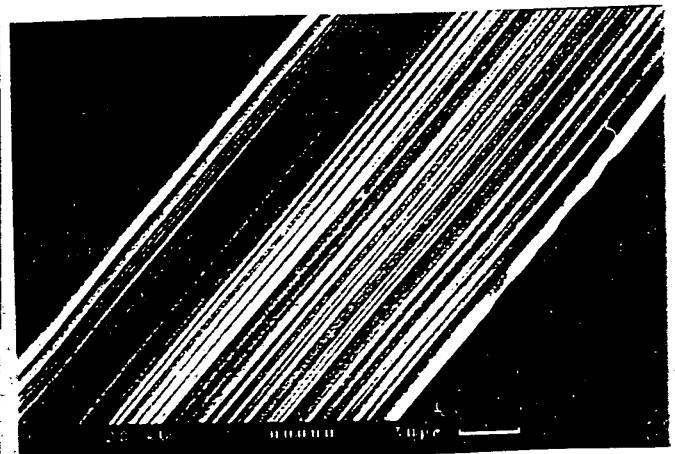
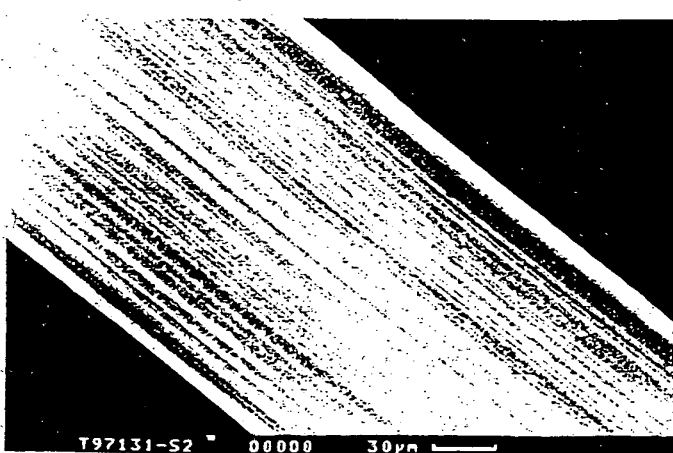
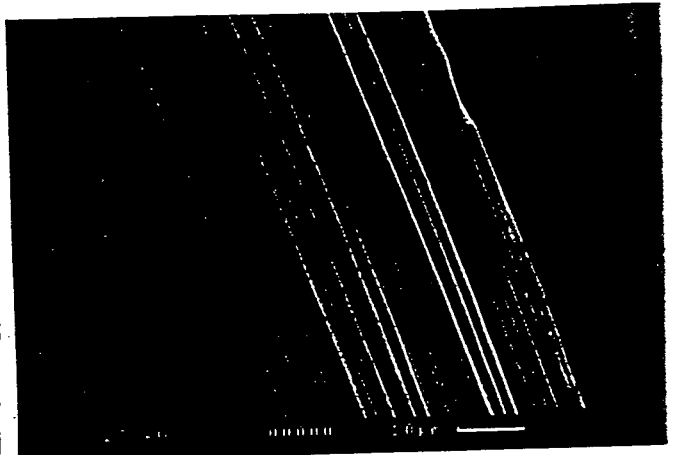
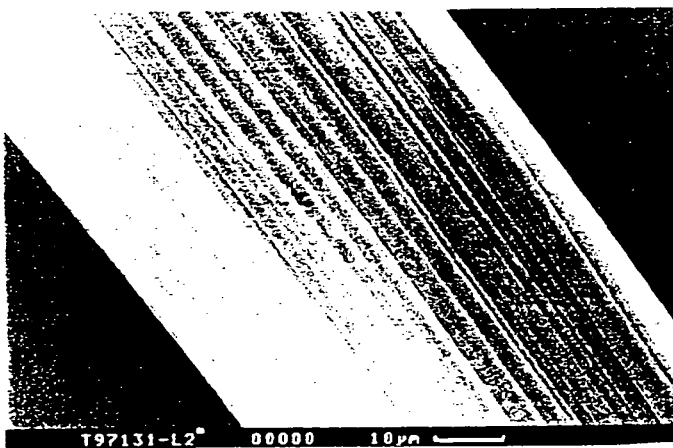
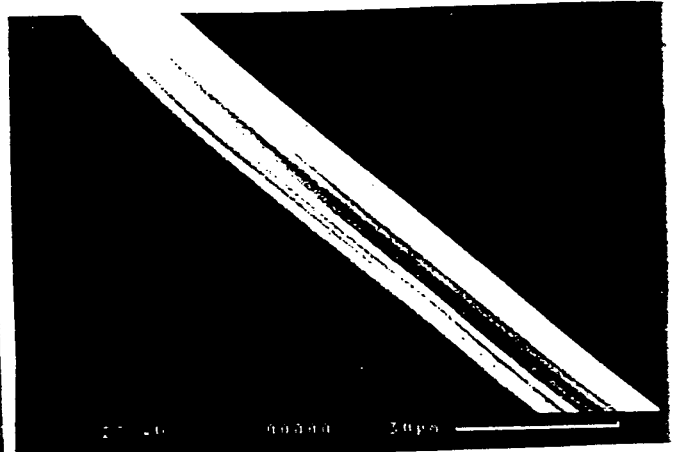
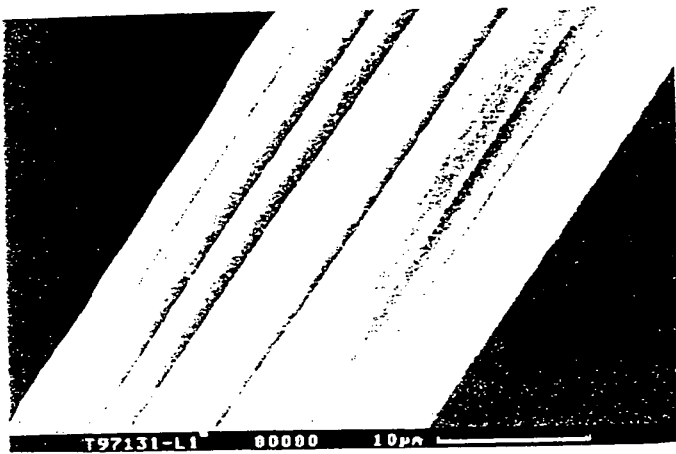
Zusammenfassung

Verfahren zum Herstellen einer Cellulosefaser aus Hydratcellulose

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen einer Cellulosefaser aus Hydratcellulose mit einer extrem großen Oberfläche, die zur Herstellung eines Gewebes verwendet werden kann, das sich durch eine hohe Saugfähigkeit, ein hohes Flüssigkeitsrückhaltevermögen, ein hohes Fettlösungsvermögen sowie durch Partikel adsorbierende Eigenschaften auszeichnet, und das zum Reinigen und Dekontaminieren sowie zum Verrin-
gern der Oberflächenspannung von Wasser verwendet werden kann.

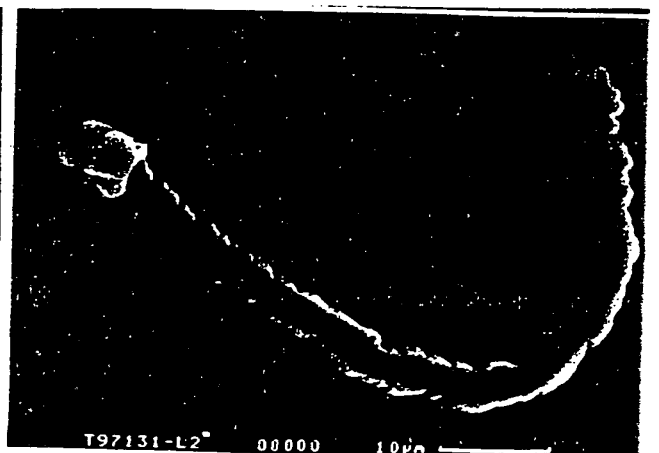
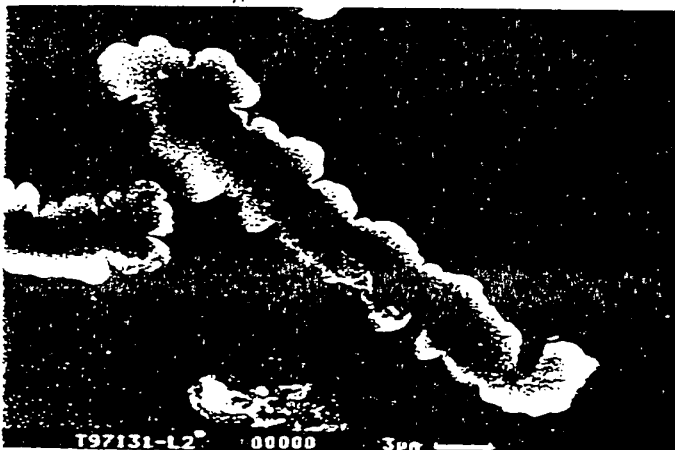
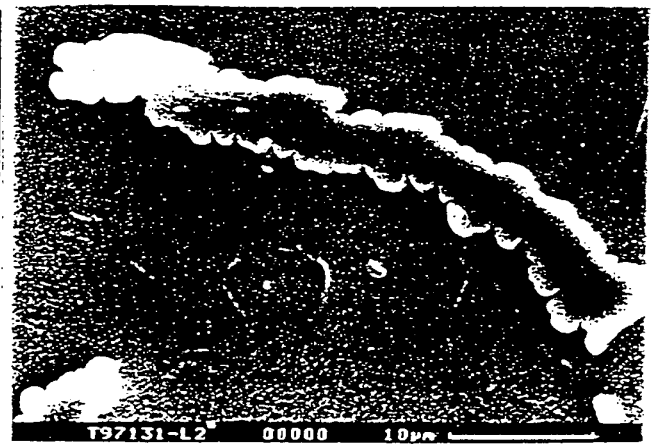
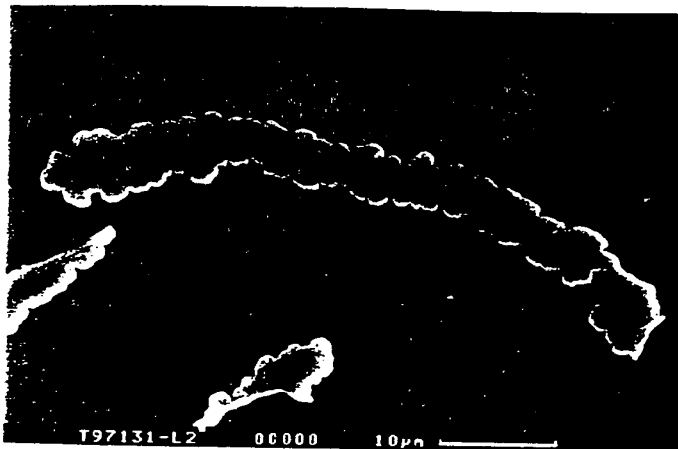
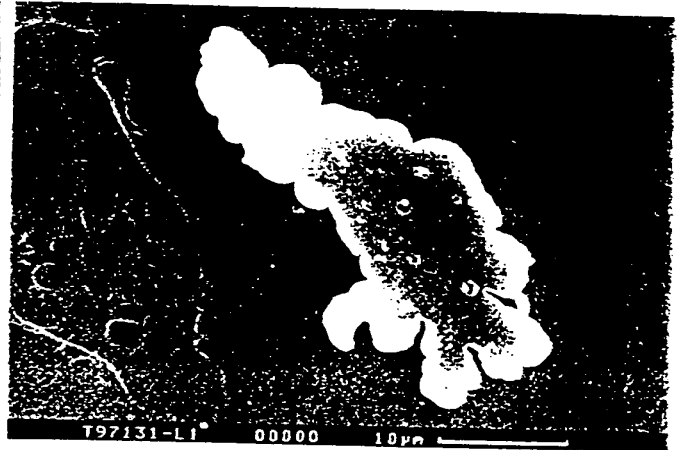
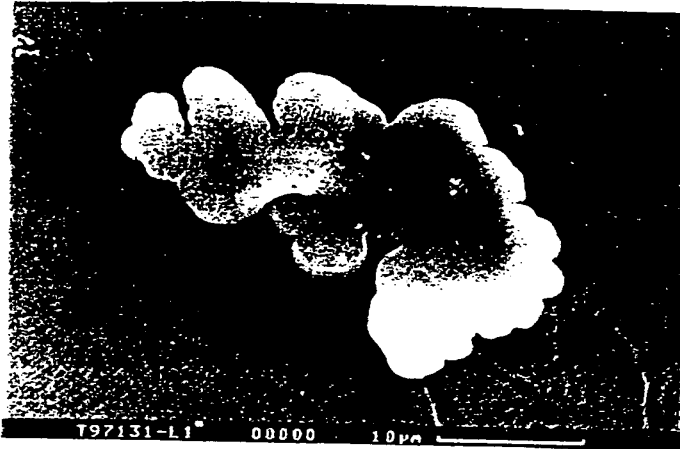
Figuren 1 bis 6

REM-Aufnahmen der Proben

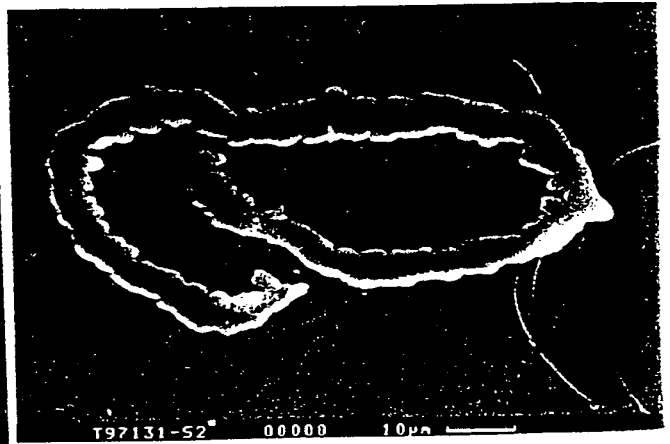
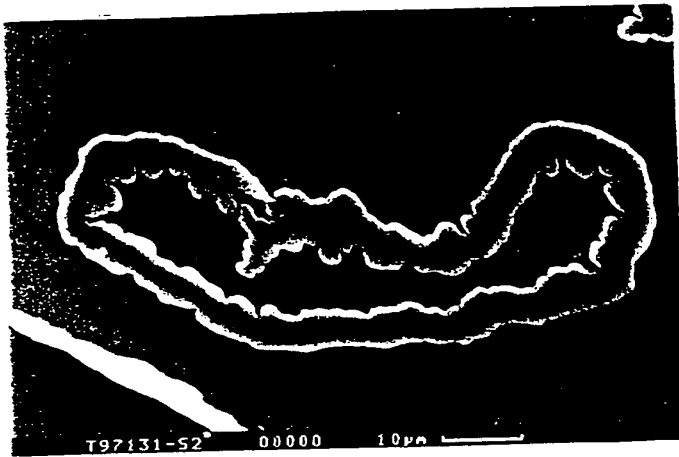


Figuren 7 bis 12

REM-Aufnahmen von Dünnschnitten (ca. 3 µm dick)

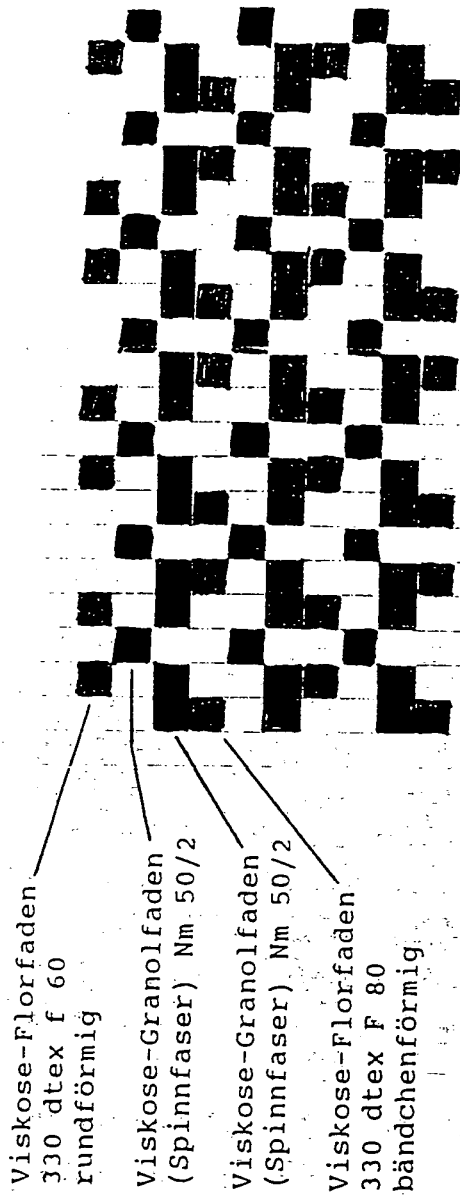
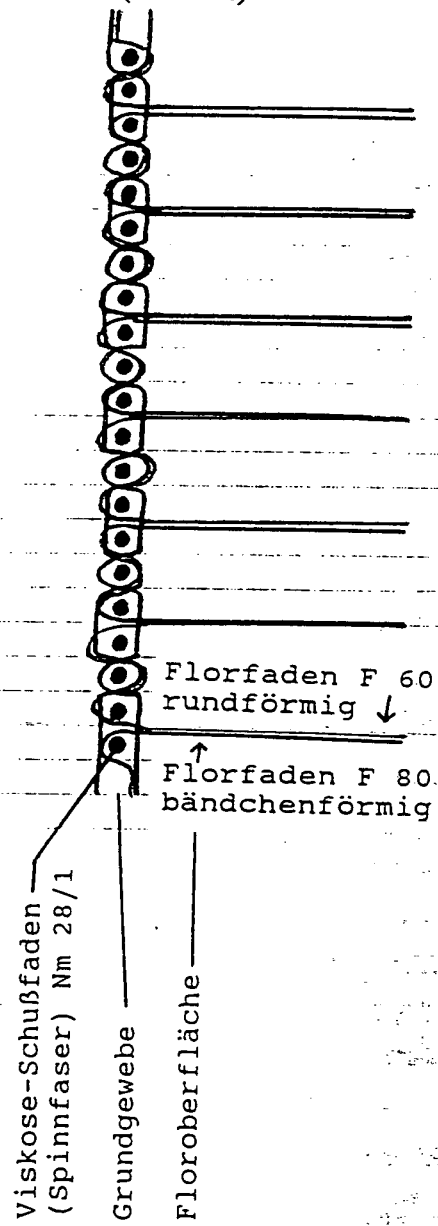


Figuren 13 bis 15

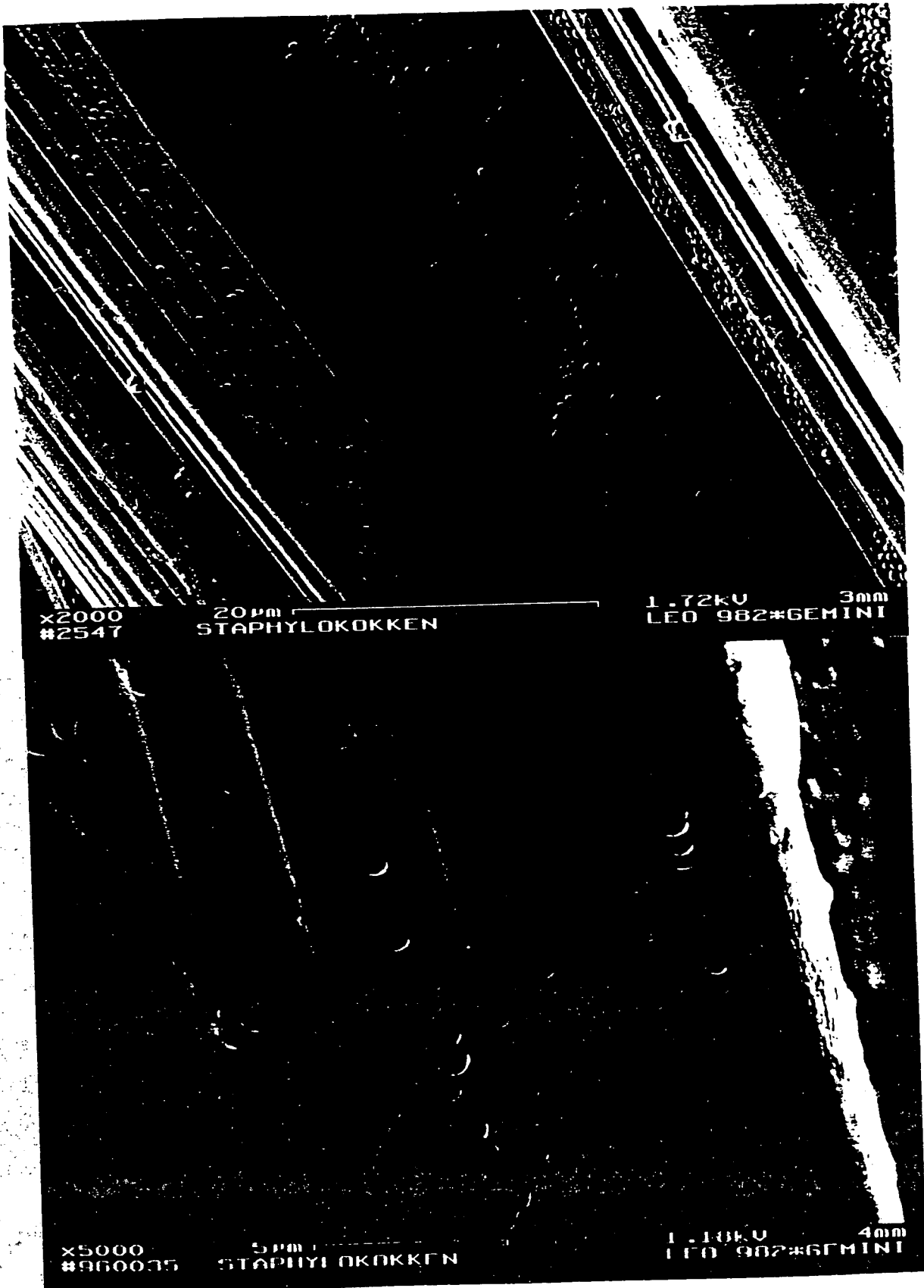


x 1000

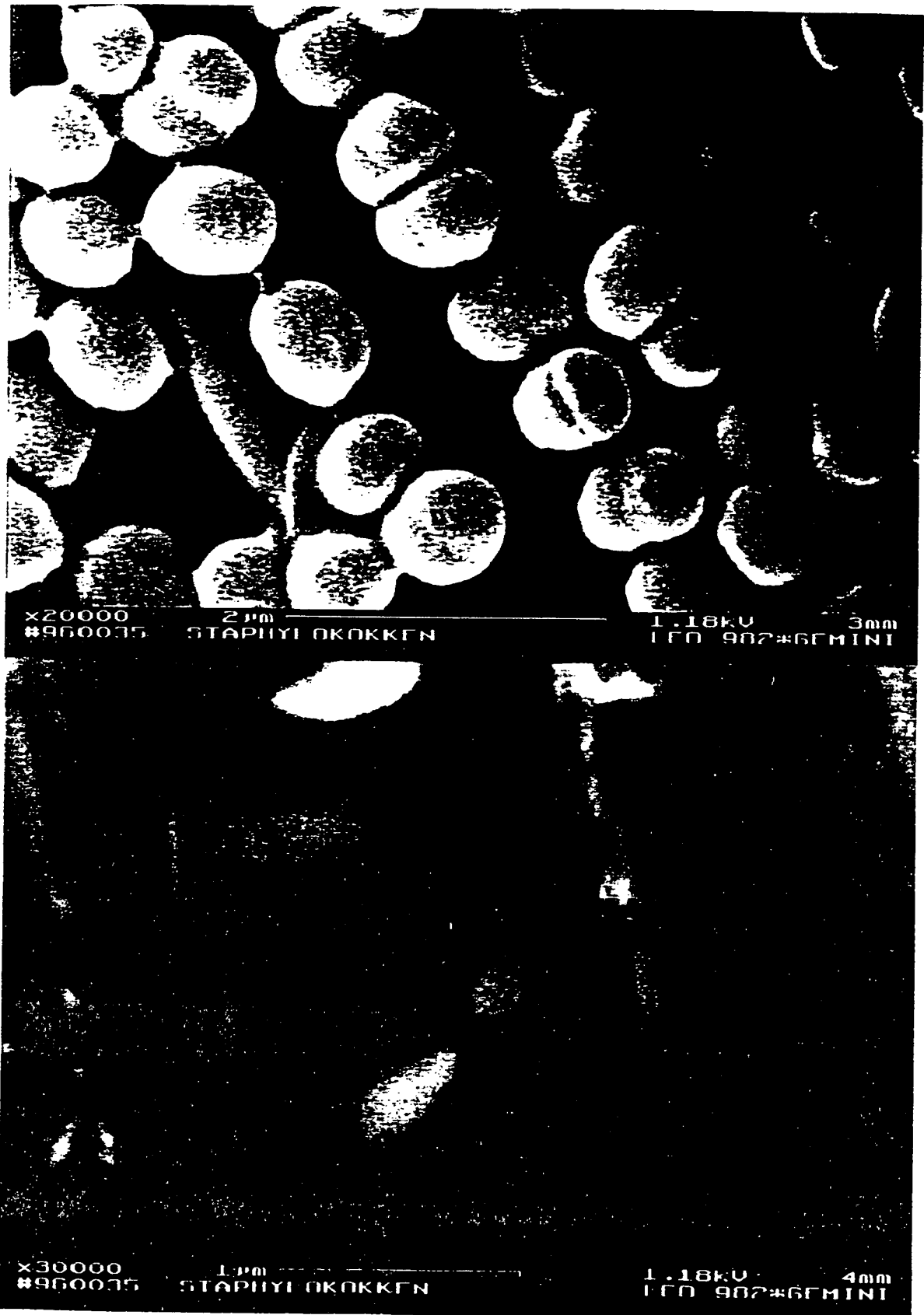
Figur 16

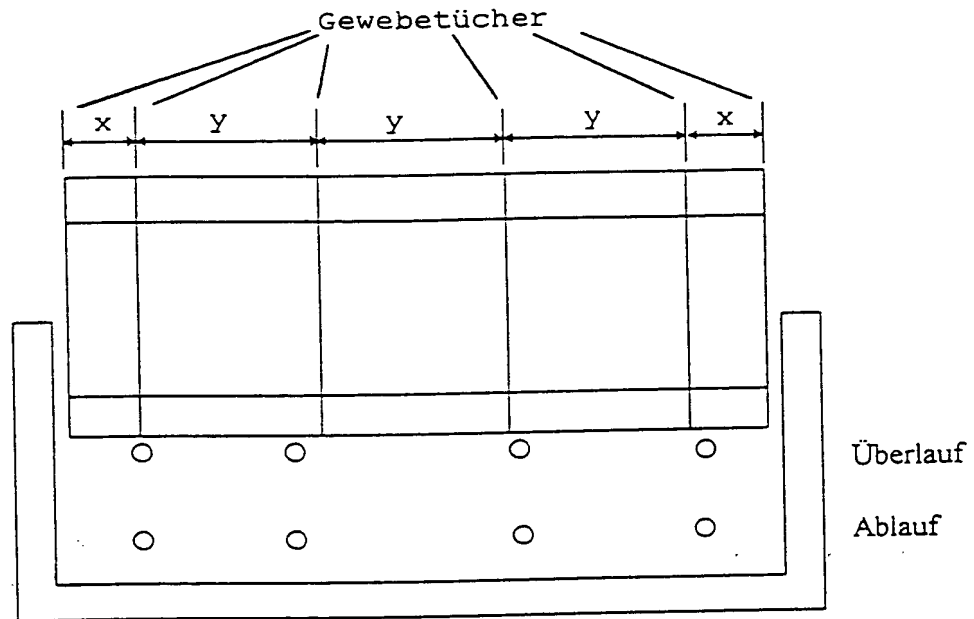
Velours-Gewebe (M-2/250)Gewebebild
(Aufsicht)Gewebebild
(Schnitt)

Figuren 17 und 18



Figuren 19 und 20



Figur 21

x,y: Abstände der Gewebetücher

